

蒸馏—吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法 测定水中烷基汞

黄太彪,张姝姝,杨玲,曹阳,余犇,江猛,舒茜

(湖北省生态环境厅黄石生态环境监测中心,湖北黄石 435000)

摘要:研究了采用蒸馏—吹扫捕集/气相色谱—冷原子荧光光谱法测定水中烷基汞,确定了方法的检出限、精密度、准确度,以及影响蒸馏处理效果的因素及最佳试验条件。结果表明:甲基汞检出限为 0.003 1 ng/L,乙基汞检出限为 0.002 8 ng/L,二者的加标回收率在 99.4%~104% 范围内,相对标准偏差(RSD)为 1.02%~1.34%;影响蒸馏效果的因素为盐酸和饱和硫酸铜加入量,针对 40 mL 纯水,浓盐酸、饱和硫酸铜最佳加入量分别为 80、200 μ L;在烷基汞加入量分别为 4.00、40.0、400 pg 时,加标回收率均符合质控要求;实际湖水经蒸馏处理后,烷基汞加标回收率均能得到明显提高。

关键词:蒸馏;吹扫捕集;气相色谱—冷原子荧光光谱法;烷基汞;加标回收率

中图分类号:O657.7;X832 **文献标识码:**A **文章编号:**1009-2617(2025)04-0576-06

DOI:10.13355/j.cnki.sfyj.2025.04.018

烷基汞为有机金属化合物,是一类剧毒,具有强致癌性,主要包括甲基汞和乙基汞^[1-2]。甲基汞主要由无机汞离子在微生物的作用下产生,通过污染鱼、贝类等海产品,对人体造成伤害^[3]。乙基汞主要源于人为排放^[4],是一种高效的防腐剂和杀菌剂,属于亲脂性化合物,易对人体的神经系统和心脏易造成损伤。因此,对水中烷基汞进行测定具有重要意义。

目前测定水中烷基汞的方法有很多种,其中以气相色谱法(GC-ECD)^[5-6]、液相色谱-原子荧光法(LC-AFS)^[7-8]、高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法(HPLC-ICP-MS)^[9-10]较为常见,但这些方法都存在一定局限性。气相色谱法前处理复杂,取样量大,富集过程易被污染,色谱峰出现拖尾时会造成灵敏度和精密度下降,且在改善色谱柱性能时需使用氯化汞,而氯化汞试剂管控严格,导致其应用受限;液相色谱-原子荧光法的检出限较高;高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法使用仪器较多,且价格昂贵,导致成本增加。

相较而言,吹扫捕集/气相色谱—冷原子荧光光谱法因具有检测快速、检出限低、准确度和精密度较高等优点,成为了一种具有潜力的烷基汞测定方法;但对于水质较差的水样,采用该法时会受到一些杂质干扰,因此还需通过蒸馏前处理减少干扰。目前,关于烷基汞水样蒸馏处理及其影响因素的研究报道较少。现有的烷基汞蒸馏试验研究大多未考察盐酸和硫酸铜加入量对烷基汞回收率的影响,或仅关注了硫酸铜加入量对烷基汞回收率的影响,而忽略了盐酸加入量的影响^[11-13]。

因此,为了进一步完善烷基汞的测定方法,研究了采用蒸馏—吹扫捕集/气相色谱—冷原子荧光光谱法测定水中烷基汞。参考了《水质 烷基汞的测定 吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法》(HJ 977—2018)标准^[14],确定蒸馏影响因素及最佳条件,以期通过不断的优化和调整,提高湖水中烷基汞的加标回收率,使得该法更适用于地表水的监测。

收稿日期:2024-10-05

基金项目:国家自然科学基金青年项目(42107088)。

第一作者简介:黄太彪(1991—),男,硕士研究生,工程师,主要研究方向为环境监测。

通信作者简介:曹阳(1971—),男,本科,高级工程师,主要研究方向为生态环境监测。E-mail:439474534@qq.com。

1 试验部分

1.1 试剂及仪器

盐酸(优级纯),冰醋酸(优级纯),醋酸钠(优级纯),氢氧化钾(优级纯),硫酸铜(分析纯),氯化甲基汞氯化乙基汞混合标准溶液($\rho(\text{CH}_3\text{HgCl}) = 1\ 000\ \text{mg/L}$, $\rho(\text{C}_2\text{H}_5\text{HgCl}) = 1\ 000\ \text{mg/L}$),四丙基硼化钠($\geq 98\%$),高纯氮气($\geq 99.99\%$),高纯氩气($\geq 99.999\%$)。

蒸馏装置(由加热和冷凝 2 部分组成,配备聚四氟乙烯材质的蒸馏瓶、接收瓶和连接管线),全自动烷基汞分析仪(由吹扫捕集、气相色谱、裂解装置和冷原子荧光测汞仪组成,BROOKS RAND INSTRUMENTS)。

1.2 试验方法

1.2.1 样品蒸馏处理

量取 40 mL 水样转移至蒸馏瓶中,加入一定体积烷基汞标准溶液,之后再加入一定体积浓盐酸和硫酸铜饱和溶液,混匀。向接收瓶中加入 10 mL 纯水和 500 μL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液并混匀。将加热装置温度设置为 125 $^\circ\text{C}$,用管线连接蒸馏瓶和接收瓶,管线材质为聚四氟乙烯,将蒸馏瓶放进加热装置,当蒸汽进入接收瓶后再将接收瓶放进冷却装置,防止接收瓶中溶液结冰。当接收瓶中液体体积达 40 mL 时,停止蒸馏。将吸收液转移至进样瓶中,加入 50 μL 四丙基硼化钠溶液,加水至瓶满,拧紧瓶盖,反应 20 min,上机测定。蒸馏装置如图 1 所示。

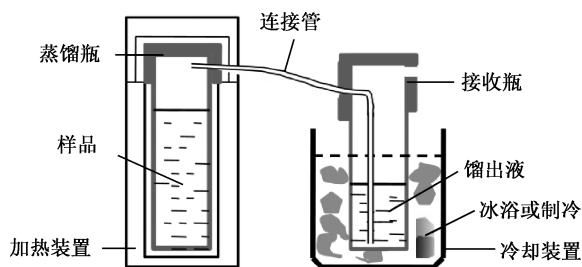


图 1 蒸馏装置

Fig. 1 Distillation equipment

1.2.2 仪器分析条件

吹扫捕集热脱附:设置取样量为 40 mL,采用原位吹扫捕集,吹扫气为氮气,吹扫流量为 280 mL/min,吹扫时间为 9 min;干燥气为氮气,干燥流量为 280 mL/min,干燥时间为 5 min;热

脱附气体为氩气,热脱附温度为 130 $^\circ\text{C}$,热脱附时间为 10 s,捕集管填料为聚 2,6-二苯基-对苯醌(Tenax),粒径 150~180 μm 。

气相色谱:填料的固定液为 OV-3,柱长为 340 mm,内径为 1.59 mm。气相色谱的载气为氩气,流量为 25 mL/min,色谱柱温度为 43 $^\circ\text{C}$ 。

裂解装置:裂解温度为 750 $^\circ\text{C}$ 。

冷原子荧光测汞仪:调节检测器电压为 715 V,载气为氩气。

2 试验结果与讨论

2.1 标准曲线的绘制

向 40 mL 进样瓶中加入水样至瓶颈处,然后加入 500 μL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液,再加入烷基汞混合标准使用液,目标化合物质量分别为 0、0.50、1.00、5.00、50.0、100、500、1 000、1 500 μg ,最后加入 50 μL 四丙基硼化钠溶液,加水至瓶满,拧紧瓶盖,反应 20 min,上机测定。

甲基汞质量与峰高之间的关系如图 2 所示,乙基汞质量与峰高之间的关系如图 3 所示。

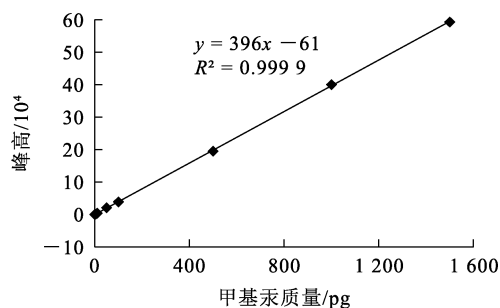


图 2 甲基汞质量与峰高之间的关系

Fig. 2 Relationship diagram of methylmercury content and peak height

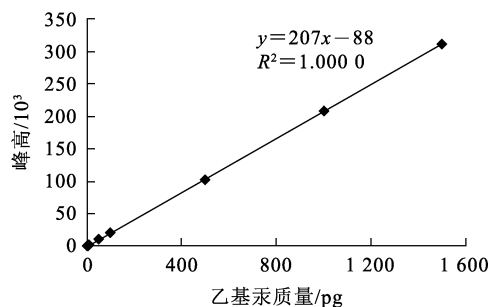


图 3 乙基汞质量与峰高之间的关系

Fig. 3 Relationship diagram of ethylmercury content and peak height

由图 2、3 可知,甲基汞和乙基汞含量标准曲线在 5.00~1 500 pg 范围内线性良好。《水质 烷基汞的测定 吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法》(HJ 977—2018)要求标准曲线至少有 6 个浓度点,曲线的相关系数 ≥ 0.996 ,其结果符合标准要求。

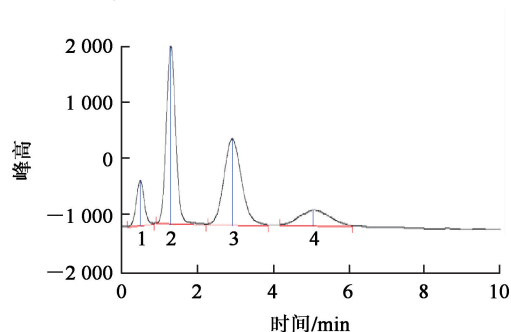
甲基汞、乙基汞质量为 5 pg 的标准溶液的色谱如图 4 所示。可知,甲基汞和乙基汞分离良好,峰形对称。

2.2 检出限的测定

依据《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168—2010)进行 $n(n \geq 7)$ 次空白试验,计算 n 次空白试验的标准偏差,按式(1)计算方法检出限,结果见表 1、2。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S. \quad (1)$$

式中:MDL—方法检出限; n —样品的平行测定次数; t —自由度为 $n-1$ 、置信度为 99% 时的 t 分布; S — n 次平行测定的标准偏差。



1— Hg^0 ; 2—MeHg; 3—EtHg; 4— Hg^{2+} 。

图 4 混合标准溶液色谱

Fig. 4 Chromatogram of mixed standard solution

表 1 甲基汞检出限测定结果

Table 1 Determination results of methylmercury detection limit

序号	峰高	样品中 $\rho(\text{甲基汞})/(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho(\text{甲基汞})_{\text{平均}}/(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$	$S/(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$	$t_{(n-1,0.99)}$	检出限/ $(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$
1	67	0.005 7				
2	50	0.004 2				
3	40	0.003 4				
4	46	0.003 9	0.003 9	0.001 0	3.143	0.003 1
5	50	0.004 2				
6	30	0.002 5				
7	39	0.003 3				

表 2 乙基汞检出限测定结果

Table 2 Determination results of ethylmercury detection limit

序号	峰高	样品中 $\rho(\text{乙基汞})/(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho(\text{乙基汞})_{\text{平均}}/(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$	$S/(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$	$t_{(n-1,0.99)}$	检出限/ $(\text{ng} \cdot \text{L}^{-1})$
1	25	0.004 1				
2	16	0.002 6				
3	19	0.003 1				
4	24	0.004	0.003 6	0.000 9	3.143	0.002 8
5	15	0.002 5				
6	30	0.004 9				
7	22	0.003 6				

由表 1、2 可知:本试验的甲基汞检出限为 0.003 1 ng/L,乙基汞检出限为 0.002 8 ng/L,均小于方法检出限 MDL(0.03 ng/L),可满足试验室要求。

2.3 方法的精密度

对 6 个甲基汞、乙基汞质量均为 50.0 pg 的

空白加标样品进行分析,测试方法的精密度,结果见表 3。经对表 3 数据进行计算可知,甲基汞测定结果的 RSD 为 1.34%,乙基汞测定结果的 RSD 为 1.02%,说明该法的重复性较好,精密度高。

表 3 方法的精密度
Table 3 Precision of method

样品	甲基汞分析质量/pg	乙基汞分析质量/pg
50pg-1	49.7	50.6
50pg-2	50.5	51.3
50pg-3	51.4	51.8
50pg-4	50.7	50.4
50pg-5	51.6	51.4
50pg-6	50.7	51.0

2.4 方法的准确度

对 6 个甲基汞、乙基汞质量均为 50.0 pg 的空白加标样品进行分析,测试准确度,结果见表 4。经对表 4 数据进行计算可知,甲基汞加标回收率为 99.4%~103%,乙基汞加标回收率为 101%~104%。

表 4 方法的准确度
Table 4 Accuracy of method

样品	甲基汞回收率/%	乙基汞回收率/%
50pg-1	99.4	101
50pg-2	101	103
50pg-3	103	104
50pg-4	101	101
50pg-5	103	103
50pg-6	101	102

2.5 蒸馏处理及影响因素探讨

通过 2.1~2.4 可知,吹扫捕集/气相色谱—冷原子荧光光谱法具有检出限低、精密度和准确度高优点,但对于水质较差的水样,其中所含杂质会对烷基汞测定结果产生干扰。因此,在测定前对水样进行蒸馏处理,并选择纯水进行模拟试验,以烷基汞加标回收率为评价指标,确定影响蒸馏处理效果的因素及最佳试验条件。

2.5.1 盐酸加入量对烷基汞加标回收率的影响

向蒸馏瓶中加入 40 mL 纯水,再加入甲基汞和乙基汞各 40.0 pg,通过改变浓盐酸加入量调节溶液 pH,之后再加入 200 μ L 饱和硫酸铜溶液。蒸馏后甲基汞和乙基汞加标回收率见表 5。可知,随浓盐酸加入量增加,蒸馏后甲基汞和乙基汞的加标回收率均增大,盐酸加入量过少会导致烷基汞无法定量^[15]。原因是氯化甲基汞和氯化乙基汞在酸性条件下易转化为挥发性更强的甲基汞和乙基汞,更易在蒸馏后转移至吸收液中。因此,确定蒸馏前 40 mL 样品中最佳盐酸加入量为

浓盐酸 80 μ L。

表 5 盐酸加入量对烷基汞加标回收率的影响
Table 5 Effect of pH on adding standard recovery rate of alkylmercury

盐酸加入量	pH	甲基汞加标回收率/%	乙基汞加标回收率/%
浓盐酸 80 μ L	1.61	94.0	77.4
浓盐酸 10 μ L	2.53	88.8	71.7
25%盐酸 5 μ L	3.39	76.8	69.4
不加盐酸	6.61	46.4	36.8

2.5.2 饱和硫酸铜加入量对烷基汞加标回收率的影响

向蒸馏瓶中加入 40 mL 纯水,再加入甲基汞和乙基汞各 40.0 pg、浓盐酸 80 μ L,改变饱和硫酸铜溶液加入量,蒸馏后甲基汞和乙基汞加标回收率见表 6。可知:随饱和硫酸铜溶液加入量增加,蒸馏后甲基汞、乙基汞加标回收率呈先增大后下降趋势;当饱和硫酸铜溶液加入量增至 200 μ L 时,甲基汞和乙基汞加标回收率均达最大。因此,蒸馏前 40 mL 样品中,饱和硫酸铜溶液最佳加入量为 200 μ L。

表 6 硫酸铜加入量对烷基汞加标回收率的影响
Table 6 Effect of copper sulfate addition amount on adding standard recovery rate of alkylmercury

饱和硫酸铜溶液加入量/ μ L	甲基汞加标回收率/%	乙基汞加标回收率/%
0	78.8	59.6
100	77.9	61.3
200	94.0	77.4
300	76.0	64.4

2.5.3 烷基汞加入量对加标回收率的影响

向蒸馏瓶中加入 40 mL 纯水,再加入浓盐酸 80 μ L、饱和硫酸铜溶液 200 μ L,改变烷基汞加入量,蒸馏后甲基汞和乙基汞加标回收率见表 7。可知,烷基汞加入量为 4.00、40.0、400 pg 时,在最佳条件下,甲基汞加标回收率为 92%~104%,乙基汞加标回收率为 77.4%~88.0%。说明在最佳条件下,不同浓度的甲基汞和乙基汞经蒸馏后的加标回收率符合《水质 烷基汞的测定 吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法》(HJ 977—2018)对基体加标回收率的要求甲基汞加标回收率 75%~120%,乙基汞加标回收率 70%~120%。

表7 烷基汞加标回收率

Table 7 Adding standard recovery rate of alkylmercury

烷基汞 加入量/pg	甲基汞加标 回收率/%	乙基汞加标 回收率/%
4	104	88.0
40	94.0	77.4
400	92.0	79.2

2.5.4 蒸馏对实际湖水水样中烷基汞的测定

某湖水依据《地表水环境质量标准》(GB 3838—2002)判别水质类别Ⅳ类^[16],水质较差。取40 mL该湖水水样置于吹扫捕集瓶中,加入500 μL醋酸-醋酸钠缓冲溶液,再加入烷基汞混合标准溶液,甲基汞和乙基汞加入量均为40.0 pg,加入50 μL四丙基硼化钠溶液,拧紧瓶盖,反应20 min,上机测定。取40 mL该湖水水样放入蒸馏瓶中,加入甲基汞和乙基汞各40.0 pg,再加入80 μL浓盐酸和200 μL饱和硫酸铜溶液,经蒸馏后上机测定。未蒸馏和蒸馏后的甲基汞和乙基汞加标回收率见表8。

表8 未蒸馏和蒸馏后甲基汞和乙基汞加标回收率

Table 8 Adding standard recovery rates of undistilled and distilled methylmercury and ethylmercury

烷基汞类型	加标回收率/%	
	未蒸馏	蒸馏
甲基汞	63.2	82.3
乙基汞	72.8	72.5

由表8可知,对于水质较差的湖水,蒸馏前后的乙基汞加标回收率变化不明显;但未经蒸馏处理进行测定时,湖水中甲基汞加标回收率为63.2%,不符合质控要求。这可能是由于湖水中的有机质对甲基汞测定造成了负干扰,导致测定结果较差;而经蒸馏处理后再测定,湖水中甲基汞加标回收率可由63.2%提高至82.3%,可达到质控要求。说明采用蒸馏处理可有效去除湖水中杂质对烷基汞加标回收率测定结果的影响。

3 结论

采用吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法测定水中烷基汞时,甲基汞检出限为0.003 1 ng/L,乙基汞检出限为0.002 8 ng/L,甲基汞的相对标准偏差为1.34%,乙基汞相对标准偏差为1.02%,甲基汞加标回收率范围为99.4%~103%,乙基

汞加标回收率范围为101%~104%,检测速度快,检出限低,准确度和精密度较高。pH和硫酸铜加入量对烷基汞蒸馏前处理的回收率有一定影响,最佳浓盐酸加入量为80 μL,最佳饱和硫酸铜溶液加入量为200 μL。对于水质较差的水样,蒸馏可有效消除杂质对烷基汞测定的干扰。通过确定水中烷基汞蒸馏处理的影响因素及最佳条件,可有效去除影响水中烷基汞测定的干扰因素,使烷基汞加标回收率符合质控要求。

参考文献:

- [1] 程壮,孙好芬,唐沂珍,等.含汞废水处理技术研究进展[J].湿法冶金,2022,41(4):301-307.
CHENG Zhuang, SUN Haofen, TANG Yizhen, et al. Research status on treatment technologies of mercury-containing wastewater[J]. Hydrometallurgy of China, 2022, 41(4):301-307.
- [2] 刘军,蒋安娜,傅金祥,等.用响应面法优化土茯苓处理含汞废水试验研究[J].湿法冶金,2019,38(6):494-500.
LIU Jun, JIANG Anna, FU Jinxiang, et al. Treatment of wastewater containing mercury using smilax glabra roxb optimized by response surface method[J]. Hydrometallurgy of China, 2019, 38(6):494-500.
- [3] 李辰,王向军,乔晴,等.全自动烷基汞分析仪测定水产品中甲基汞的方法分析[J].食品工业,2022,43(3):247-249.
LI Chen, WANG Xiangjun, QIAO Qing, et al. Research on determination of methyl mercury in aquatic products by automated alkyl mercury analytical system[J]. The Food Industry, 2022, 43(3):247-249.
- [4] 贺爱珍.吹扫捕集-气相色谱-冷原子荧光光谱法测定水中烷基汞的方法研究[J].科学技术创新,2021(21):40-42.
HE Aizhen. Study on the method for determining alkyl mercury in water by purge and trap gas chromatography cold atomic fluorescence spectroscopy[J]. Scientific and Technological Innovation, 2021(21):40-42.
- [5] 张凡,傅佳泽,杜磊,等.毛细管柱气相色谱法测定固废浸出液中烷基汞[J].广州化工,2021,49(19):85-87.
ZHANG Fan, FU Jiaze, DU Lei, et al. Determination of alkyl mercury in solid waste leaching liquor by capillary column gas chromatography[J]. GuangZhou Chemical Industry, 2021, 49(19):85-87.
- [6] 柳展飞,陈罡,杨中威,等.提高气相色谱法测定水中烷基汞的回收率方法讨论[J].能源环境保护,2019,33(1):48-51.
LIU Zhanfei, CHEN Gang, YANG Zhongwei, et al. Discussion on improving the alkyl mercury recovery when applying gas chromatography[J]. Energy Environmental Protection, 2019, 33(1):48-51.
- [7] 尤斌,王琳琳.液相色谱-原子荧光光谱法测定环境水体中甲基汞和乙基汞的方法研究[J].干旱环境监测,2022,36(1):12-18.

- YOU Bin, WANG Linlin. Determination of methyl mercury and ethyl mercury in environmental water by liquid chromatography-atomic fluorescence spectrometry[J]. Arid Environmental Monitoring, 2022, 36(1):12-18.
- [8] 陈东洋, 卢岚, 张昊, 等. 固相萃取-液相色谱原子荧光光谱联用法测定食品中烷基汞[J]. 分析实验室, 2020, 39(10): 1179-1182.
- CHEN Dongyang, LU Lan, ZHANG Hao, et al. Determination of alkyl mercury in food based on liquid chromatography with atomic fluorescence spectrometry after solid phase extraction[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2020, 39(10): 1179-1182.
- [9] 刘爽, 马旭, 刘宁, 等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定海水养殖底泥中甲基汞和乙基汞[J]. 分析实验室, 2019, 38(9): 1043-1047.
- LIU Shuang, MA Xu, LIU Ning, et al. Detection of methylmercury and ethylmercury in marine culture sediment by high performance liquid chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(9): 1043-1047.
- [10] 陈绍占, 刘丽萍, 张妮娜, 等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定食用菌中无机汞和甲基汞[J]. 理化检验(化学分册), 2020, 56(10): 1122-1126.
- CHEN Shaozhan, LIU Liping, ZHANG Nina, et al. HPLC-ICP-MS determination of inorganic mercury and methylmercury in Edible Fungi[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2020, 56(10): 1122-1126.
- [11] 陆亮, 吴鹏. 全自动甲基汞分析仪测定水和废水中甲基汞[J]. 环境监控与预警, 2016, 8(6): 40-42.
- LU Liang, WU Peng. Determination of methyl mercury in surface water and waste water using fully-automatic analyzer[J]. Environmental Monitoring and Forewarning, 2016, 8(6): 40-42.
- [12] 刘明, 高志强, 赵伟, 等. DP-PT-GC-CVAFS 法分析水中烷基汞的影响因素和方法适用性[J]. 生态环境学报, 2017, 26(1): 136-141.
- LIU Ming, GAO Zhiqiang, ZHAO Wei, et al. Determination of alkylmercury in water by direct propylation-purge and trap-gas chromatography-cold vapor atomic fluorescence spectrometry: influencing factors and applicability[J]. Ecology and Environmental Sciences, 2017, 26(1): 136-141.
- [13] 高志强. 城市污水处理厂汞的污染特征与珠江入海口环境风险[D]. 兰州: 兰州交通大学, 2016: 19-24.
- [14] 生态环境部. 水质 烷基汞的测定 吹扫捕集/气相色谱-冷原子荧光光谱法: HJ 977—2018[S]. 北京: 中国环境出版社, 2018.
- [15] U. S. Environmental Protection Agency. Methyl mercury in water by distillation, aqueous ethylation, purge and trap, and cold vapor atomic fluorescence spectrometry method: 1630—2001 [S]. Washington, D. C. : U. S. EPA NCEPI, 2001.
- [16] 国家环境保护总局. 地表水环境质量标准: GB 3838—2002 [S]. 北京: 中国环境出版集团, 2019.

Analysis of Alkyl Mercury in Water by Distillation—Purge and Trap/Gas Chromatography-Cold Atomic Fluorescence Spectrometry

HUANG Taibiao, ZHANG Shushu, YANG Ling, CAO Yang, YU Ben, JIANG Meng, SHU Xi

(Huangshi Ecological Environment Monitoring Center of Hubei Provincial Department of Ecological Environment, Huangshi 435000, China)

Abstract: The determination of alkyl mercury in water by distillation—purge and trap/gas chromatography-cold atomic fluorescence spectrometry was studied. The detection limit, precision and accuracy of the method were determined, and the factors affecting the effect of distillation and the optimum test conditions were determined. The results show that the detection limit of methylmercury is 0.003 1 ng/L and that of ethylmercury is 0.002 8 ng/L. The adding standard recovery rates of both are 99.4%~104%, and the relative standard deviations (RSD) are 1.02%~1.34%. The factors affecting distillation effect are hydrochloric acid and saturated copper sulfate addition. For 40 mL of pure water, the optimal addition amounts of concentrated hydrochloric acid and saturated copper sulfate are 80 and 200 μ L, respectively. When the addition amount of alkylmercury are 4.00, 40.0 and 400 pg, the recovery rates are all in line with the quality control requirements. The recovery rate of alkyl mercury adding standard can be significantly improved after distillation treatment in actual lake water.

Key words: distillation; purge and trap; gas chromatography-cold atomic fluorescence spectrometry; alkyl mercury; adding standard recovery rate